

L7 ANSWER 1 OF 4 CAPLUS COPYRIGHT 2004 ACS on STN
 AN 1994:607737 CAPLUS
 DN 121:207737
 ED Entered STN: 29 Oct 1994
 TI Silicone coating thinners
 IN Horie, Yutaka; Kuwabara, Michi
 PA Toshiba Silicone, Japan
 SO Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 5 pp.
 CODEN: JKXXAF
 DT Patent
 LA Japanese
 IC ICM C08L083-04
 ICS C08K005-54; C09D183-04; C10M107-50
 ICI C10N050-02
 CC 42-10 (Coatings, Inks, and Related Products)
 FAN.CNT 1

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
JP 06088025	A2	19940329	JP 1992-264286	19920907 <--
PRAI JP 1992-264286		19920907		

CLASS

PATENT NO.	CLASS	PATENT FAMILY CLASSIFICATION CODES
JP 06088025	ICM	C08L083-04
	ICS	C08K005-54; C09D183-04; C10M107-50
	ICI	C10N050-02

OS MARPAT 121:207737
 GI For diagram(s), see printed CA Issue.
 AB The title thinners for coatings providing surface lubricity on metals and for syringe needles contain low-mol.-weight siloxanes chosen from cyclosiloxanes I and linear siloxanes R₁₃SiO_m(SiR₁₂O)_nSiR₁₃ (R₁ = H, hydrocarbyl; m = 3-8; n = 0-6), e.g., hexamethyldisiloxane, octamethylcyclotetrasiloxane, and decamethylcyclopentasiloxane.
 ST siloxane coating thinner
 IT Silsesquioxanes
 RL: USES (Uses)
 (coatings containing, thinners for)
 IT Siloxanes and Silicones, uses
 RL: TEM (Technical or engineered material use); USES (Uses)
 (coatings, thinners for)
 IT Needles
 (for syringes, silicone coatings for, thinners for)
 IT Coating materials
 (silicone, low-mol.-weight siloxane-based thinners for)
 IT Lubricants
 (silicones, thinners for)
 IT 26403-63-4 31692-79-2 31900-57-9, Dimethylsilanediol homopolymer
 31900-57-9D, Dimethylsilanediol homopolymer, hydroxy- and trimethylsilyl-terminated 158195-30-3
 RL: USES (Uses)
 (coatings containing, thinners for)
 IT 12597-68-1, Stainless steel
 RL: USES (Uses)
 (lubricious silicone coatings for, thinners for)
 IT 107-46-0, Hexamethyldisiloxane 541-02-6, Decamethylcyclopentasiloxane
 556-67-2, Octamethylcyclotetrasiloxane
 RL: USES (Uses)
 (thinners, for silicone coatings)
 RN 26403-63-4
 RN 31692-79-2
 RN 31900-57-9
 RN 31900-57-9D

RN 158195-30-3
RN 12597-68-1
RN 107-46-0
RN 541-02-6
RN 556-67-2

L7 ANSWER 2 OF 4 CAPLUS COPYRIGHT 2004 ACS on STN
AN 1988:43793 CAPLUS
DN 108:43793
ED Entered STN: 06 Feb 1988
TI Disinfection of ultrafiltration apparatus with hot ultrapure water
IN Shindo, Ikuo; Toto, Masanori
PA Japan Organo Co., Ltd., Japan
SO Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 5 pp.
CODEN: JKXXAF

DT Patent
LA Japanese
IC ICM B01D013-00
CC 61-5 (Water)

Section cross-reference(s): 76

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	JP 62234507	A2	19871014	JP 1986-74265	19860402 <--
	JP 06088025	B4	19941109		
PRAI	JP 1986-74265		19860402		

CLASS

	PATENT NO.	CLASS	PATENT FAMILY CLASSIFICATION CODES
	JP 62234507	ICM	B01D013-00

AB An ultrafiltration membrane is disinfected by passing through a $\geq 70^\circ$ primary pure water through the ultrafiltration membrane, and then the resulting hot filtrate is passed through a ultrapure water feed pipe for disinfection prior to delivering ultra pure water for semiconductor wafer washing. Thus, water was purified by passing through a filter, a reverse-osmosis module, an ion-exchange column, a vacuum degassing unit, a mixed bed-ion exchange-column, and a precision filter (membrane pore size 0.45μ) to prepare a pure water containing 80-150 particles/mL and 40-120 bacteria/mL, which was kept in a holding tank. The pure water was further purified by passing through a mixed bed type polisher, an UV irradiation unit, and then a polysulfone-based hollow fiber ultrafiltration membrane. A portion of the resulting ultrapure water in a holding tank was heat-exchanged at 90° and passed through the ultrafiltration membrane apparatus for 30 min prior to discharge. The ultrapure water delivered immediately after disinfection or after 500 h operation contained ≤ 10 particles/mL and 0.01-0.10 bacteria/mL or 20-100 particles/mL and 0.05-0.50 bacteria/mL, resp., by disinfection with H_2O_2 . The sp. resistance of the primary pure water and ultrapure water was $17.0 \text{ m}\Omega\text{-cm}$ and $17.5 \text{ m}\Omega\text{-cm}$, resp. The required time for reaching $17 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ ultrapure water after disinfection with hot ultrapure water was 0.5 h as compared to 8.5 h using 2% H_2O_2 for disinfection.

ST ultrafiltration app thermal disinfection; semiconductor manufg ultrapure water prodn; membrane disinfection hot ultrapure water; polysulfone hollow fiber membrane ultrafiltration; feed pipe disinfection hot ultrafiltrate; bacteria removal hot ultrapure water; hydrogen peroxide disinfectant ultrafiltration app

IT Semiconductor devices
(manufacturing of, feed water for, ultrafiltration apparatus for, disinfection of)

IT Bacteria
(removal of, from ultrafiltration apparatus, hot ultrapure water charging for)

IT Water purification

(ultrafiltration, membrane for, disinfection of, hot ultrapure water for)

L7 ANSWER 3 OF 4 WPIX COPYRIGHT 2004 THE THOMSON CORP on STN
AN 1994-141103 [17] WPIX
DNC C1994-065008

TI Diluent for silicone coating - comprises a cyclic siloxane and at least one low mol. weight linear siloxane.

DC A26 A82 A96 B07 G02

PA (TSIL) TOSHIBA SILICONE KK

CYC 1

PI JP 06088025 A 19940329 (199417)* 5 C08L083-04 <--
ADT JP 06088025 A JP 1992-264286 19920907

PRAI JP 1992-264286 19920907

IC ICM C08L083-04

ICS C08K005-54; C09D183-04; C10M107-50

ICI C10N050:02

AB JP 06088025 A UPAB: 19940613

The diluent comprises a cyclic siloxane of formula (I) and at least one low mol. weight linear siloxane of formula (II). In formulae R1 is H, or monovalent hydrocarbon; m is 3-8; and n is 0-6.

The silicone coating agent to be used is pref. a silicone coating agent giving lubricity to metallic articles. The silicone coating agent to be used to be used is a silicone coating agent for a needle of syringe.

USE/ADVANTAGE - The diluent gives a silicone solution capable of forming a cured film having excellent lubricity, even thickness, and less repelling phenomena. The solution is used for coating a needle of syringe reducing pain on injection, a cutter, knife, folk, zipper, needle of stapler, comb, curd, ticket, coin, etc.

Dwg. 0/0

FS CPI

FA AB; GI; DCN

MC CPI: A06-A00E1; A06-A00E3; A12-B04C; A12-V03D; B04-C03D; B05-B01B; G02-A05

L7 ANSWER 4 OF 4 JAPIO (C) 2004 JPO on STN
AN 1994-088025 JAPIO

TI DILUENT FOR SILICONE COATING MATERIAL

IN HORIE YUTAKA; KUWABARA MICHI

PA TOSHIBA SILICONE CO LTD

PI JP 06088025 A 19940329 Heisei

AI JP 1992-264286 (JP04264286 Heisei) 19920907

PRAI JP 1992-264286 19920907

SO PATENT ABSTRACTS OF JAPAN (CD-ROM), Unexamined Applications, Vol. 1994

IC ICM C08L083-04

ICS C08K005-54; C09D183-04; C10M107-50

ICI C10N050:02

AB PURPOSE: To obtain a diluent for silicone coating material excellent in the effect of imparting slipperiness to a coated surface and uniform applicability by incorporating a low-molecular-weight siloxane selected from the group consisting of a specified cyclic siloxane and a specified acyclic siloxane.

CONSTITUTION: At least one low-molecular-weight siloxane selected from the group consisting of a cyclic siloxane of formula I (wherein R<SP>1</SP> is H or a monovalent hydrocarbon group; and m is 3-8) and an acyclic siloxane of formula II (wherein R<SP>1</SP> is as defined above; and n is 1-6) is incorporated to obtain the diluent. This diluent can give a silicone coating material which can form a cured film excellent in slipperiness and the evenness of film thickness and substantially free from nonuniformity of drying and cissing. This diluent scarcely affects the global environments. When the skin is coated with a silicone coating material containing this diluent, the formed coating film is effective in alleviating a pain during sticking a metallic hypodermic needle in the skin and to reduce the resistance of cutting the skin with a cutter, a surgical knife or scissors to allow good cut with slight force.

COPYRIGHT: (C) 1994, JPO&Japio

=>

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-88025

(43)公開日 平成6年(1994)3月29日

(51)Int.Cl ⁵	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 08 L 83/04	LRU	8319-4J		
C 08 K 5/54	ZAB			
C 09 D 183/04	PMS	8319-4J		
C 10 M 107/50		9159-4H		
// C 10 N 50:02				

審査請求 未請求 請求項の数3(全5頁)

(21)出願番号	特願平4-264286	(71)出願人	00022111 東芝シリコーン株式会社 東京都港区六本木6丁目2番31号
(22)出願日	平成4年(1992)9月7日	(72)発明者	堀江 豊 東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シリコーン株式会社内
		(72)発明者	桑原 美知 東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シリコーン株式会社内
		(74)代理人	弁理士 諸田 英二

(54)【発明の名称】シリコーンコーティング剤用希釈剤

(57)【要約】

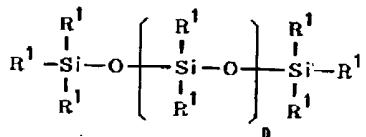
【構成】 本発明は、繰返し純シロキサン単位数3～8の環状シロキサンと、繰返し純シロキサン単位数6以下の中状シロキサンとからなる群より選ばれる1種もしくは2種以上の低分子量シロキサンを含むことを特徴とするシリコーンコーティング剤用希釈剤である。

【効果】 本発明のシリコーンコーティング剤用希釈剤によれば、滑り性に優れ、かつ膜厚が均一で、乾きムラ、ハジキ現象のほとんどない硬化皮膜を形成し得るシリコーンコーティング剤を与え、このコーティング剤は注射針、カッター、メスなどのコートに好適に使用される。

は3~8の整数を示す)で示される環状シロキサンと、一般式化4

【0010】

【化4】



(式中R¹は水素原子又は1価の炭化水素基を表し、nは0又は1~6の整数を示す)で示される鎖状シロキサンとからなる群より選ばれる1種もしくは2種以上の低分子量シロキサンを含むことを特徴とする。

【0011】ここでR¹は、互いに同一又は相異なる水素原子又は1価の炭化水素基を表し、炭化水素基としては、メチル基、エチル基、プロピル基などのアルキル基、ビニル基、アリル基などのアルケニル基、フェニル基、トリル基などのアリール基が例示され、これらのうち合成のし易さ、原料の入手のし易さから、水素原子又はメチル基が好ましい。

【0012】前記一般式化3で示される環状シロキサンの繰返し単位の数nは3~8の整数である。9以上の場合は、揮発速度が遅く、コーティング皮膜形成後の除去が困難となり不適である。揮発速度および合成のし易さからはnは3~6の整数が好ましい。

【0013】また前記一般式化4で示される鎖状シロキサンの繰返し単位の数nは0又は1~6の整数である。7以上の場合は、前記環状シロキサンの場合と同様に、揮発速度が遅く、コーティング皮膜形成後の除去が困難となり不適である。揮発速度からnは0か1~3の整数が好ましい。

【0014】本発明のシリコーンコーティング剤用希釈剤は、シリコーンコーティング剤のシリコーン有効成分が0.1~80重量%に希釈されるように使用される。0.1重量%未満では、十分な膜厚のコーティング皮膜が形成されにくくなり、80重量%を超えると、均一な膜厚のコーティング皮膜が得られにくくなる。好ましくは、1~20重量%に希釈されるように使用される。

【0015】なおこの場合、シリコーンコーティング剤のシリコーン成分に特に制限はなく、種々のシリコーン成分が使用可能であるが、例えば特公昭46-3627号公報に記載されたアミノアルキルシロキサンとジメチルシロキサンとの共重合体、特公昭62-5279号公報に記載されたアミノ基含有シランとエポキシ基含有シランとの反応物とポリジオルガノシロキサンとの反応生成物、特公平3-46499号公報に記載された、アルケニル基含有ポリオルガノシロキサンと架橋用及び連鎖延長用のポリオルガノハイドロジェンシロキサン及び非反応性のオルガノボリシロキサンより成る組成物などが例示される。

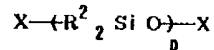
【0016】これらの中ではアミノアルキルシロキサン 50

とジメチルシロキサンとの共重合体、アミノ基含有シランとエポキシ基含有シランとの反応物とポリジオルガノシロキサンとの反応生成物が好ましく使用され、特に後者の反応生成物が好ましく使用される。前者の例としては、以下の様なものが具体的に例示される。

(1) 一般式

【0017】

【化5】



(ここでXは水酸基又は加水分解性基、R²は水素原子又は1価の炭化水素基、pは1~10,000の整数を示す)で示されるポリジオルガノシロキサン 100重量部及び

(2) 一般式

【0018】

【化6】 Q¹ 2 N-R³ -Si R⁴ q Y_{3-q}

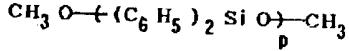
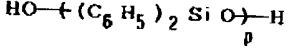
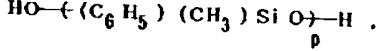
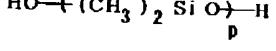
(ここでQ¹は水素原子、メチル基又は-CH₂CH₂NH₂、R³は2価の炭化水素基、R⁴は水素原子又は1価の炭化水素基、Yは水酸基又は加水分解性基、qは0又は1~2の整数を示す)で示されるアミノ基含有シラン 1~40重量部を反応させ重合することによって得られるアミノ基含有ボリシロキサンを主成分とするシリコーンコーティング剤。

【0019】ここでR²及びR⁴の1価の炭化水素基としてはR¹と同様の置換基が例示される。またR³の2価の炭化水素基としては、-CH₂-、-CH₂CH₂-、-CH₂CH₂CH₂-、-CH₂CH₂CH₂CH₂-などが例示される。X及びYの加水分解性基としてはメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基などのアルコキシ基；プロペノキシ基などのアルケニルオキシ基；アセトキシ基、ベンゾキシ基などのアシロキシ基；アセトンオキシム基、ブタノンオキシム基などのオルガノオキシム基、ジメチルアミノキシ基、ジエチルアミノキシ基などのオルガノアミノキシ基；ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、シクロヘキシルアミノ基などのオルガノアミノ基；N-メチルアセトアミド基などのオルガノアミド基などが例示される。前記一般式化5で示される

(1) ポリジオルガノシロキサンとしては、

【0020】

【化7】



などが例示される。ここで p は1~10,000の整数であり、好ましくは5~6,000であり、特に25°Cでの粘度が50~100,000cStであるものが好ましい。

【0021】前記一般式化6で示される(2)アミノ基含有シランとしては、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、 γ -アミノプロピルメチルジエトキシシラン、 N -(β -アミノエチル)アミノメチルトリメトキシシラン、 γ -(N -(β -アミノエチル)アミノ)プロピルトリメトキシシラン、 γ -(N -(β -アミノエチル)アミノ)プロピルメチルジメトキシシラン、 N -(β -アミノエチル)アミノメチルトリプトキシシラン、 γ -(N -(β -(N -(β -アミノエチル)アミノ)エチル)アミノ)プロピルトリメトキシシランなどが例示される。

【0022】この(2)アミノ基含有シランは、前記一般式化5で示される(1)ポリジオルガノシロキサン100重量部に対して1~40重量部使用される。1重量部より少ないと得られるコーティング皮膜の良好な滑り性、基材に対する密着性が得られにくくなり、40重量部より多いと良好な耐久性が得られにくくなる。

【0023】(1)ポリシロキサンと(2)アミノ基含有シランとの重合反応は、例えば両者を混合して、必要ならば触媒及び溶剤を使用して加熱攪拌することにより得られる。触媒としては、加水分解・縮合反応用の触媒、付加反応用の触媒など、原料の官能基の種類により適宜選ぶことができる。

【0024】また重合反応の反応時間、反応温度等を制御することにより、所望の重合度を得ることができる。

【0025】また前述した好ましいシリコーンコーティング剤のシリコーン有効成分のうち、後者のものとしては、以下のようなものが具体的に例示される。

(3)1分子中に少なくとも1個のシラノール基を有するポリジオルガノシロキサン100重量部、および

(4)(a)前記一般式化6で示されるアミノ基含有シランと(b)一般式化8

【0026】

【化8】 $Q^2 - R^5 - Si - R^6 - Z_{3-r}$

(ここで Q^2 はグリシドキシ基又はエポキシシクロヘキシル基、 R^5 は2価の炭化水素基、 R^6 は水素原子又は1価の炭化水素基、 Z は水酸基又は加水分解性基、 r は0又は1~2の整数を示す)で示されるエポキシ基含有シランとの反応物0.1~20重量部を反応させ、その反応生成物を主成分とするシリコーンコーティング剤。

【0027】ここで R^5 の2価の炭化水素基としては、 R^3 と同様の基が例示される。また R^6 の1価の炭化水素基としては、 R^1 と同様の置換基が例示される。また Z の加水分解性基としては、 X と同様の基が例示される。

【0028】1分子中に少なくとも1個のシラノール基を有する(3)ポリジオルガノシロキサンとしては、前記

一般式化5で例示されるシロキサン、片末端がシラノール基又は加水分解性基で閉塞され、他端がトリメチルシリル基で閉塞されたポリジオルガノシロキサンなどが例示される。このシロキサンは25°Cでの粘度が、20~1,000,000cSt、好ましくは100~100,000cStのものが使用される。

【0029】(a)アミノ基含有シランとしては前述の一般式化6と同様のものが例示される。また前記一般式化8で示される(b)エポキシ基含有シランとしては、

10 α -アグリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 α -アグリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルメチルジメトキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリエトキシシラン、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルメチルジエトキシシランなどが例示される。

【0030】アミノ基含有シランとエポキシ基含有シランの(4)反応物は、(a)アミノ基含有シラン1モルに

20 対して(b)エポキシ基含有シラン0.5~3.0モル好ましくは0.75~1.5モルを加え、攪拌下で加熱して反応させることにより得られる。この(4)反応物の0.1~20重量部、好ましくは1~10重量部を、シラノール基を含有する(3)ポリジオルガノシロキサン100重量部と混合し、必要に応じて溶剤を使用して、加熱し反応させることにより、シリコーンコーティング剤が得られる。

【0031】本発明に示すシリコーンコーティング剤には、本発明の特徴を損なわない範囲で、各種の有機溶剤を使用することができる。このような有機溶剤としては

30 トルエン、キシレン、シクロヘキサン、 n -ヘキサン、 n -ヘプタン、ナフサ、ミネラルスピリット、石油ベンジン等の炭化水素系溶剤、クロロホルム、四塩化炭素、トリクロロエチレン、パークロロエチレン、1,1,1-トリクロロエタンのようなハロゲン化炭化水素系溶剤、エチルエーテル、テトラヒドロフラン、エチレンジリコールジエチルエーテルのようなエーテル系溶剤、酢酸エチル、酢酸ブチル、酢酸アミルのようなエステル系溶剤、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンのようなケトン系溶剤、メタノール、エタノール、プロピルアルコール、イソプロピルアルコールのようなアルコール系溶剤が挙げられる。

【0032】

【実施例】以下実施例を挙げて、本発明を具体的に説明する。ここで実施例中「部」は「重量部」を、「%」は「重量%」を示し、粘度は25°Cでの値を示す。

【0033】調製例1

γ -アミノプロピルトリメトキシシランと α -アグリシドキシプロピルトリメトキシシランの等モル量を80~100°Cで3時間反応させて得た反応物0.5部、両末端がシラノール基で閉塞された粘度20,000cStのポリジメチルシリ

ロキサン20部、片末端がシラノール基で閉塞され、他端がトリメチルシリル基で閉塞された粘度1500cStのポリジメチルシロキサン19.5部及びトルエン60部から成る混合物を80°Cで8時間反応させ、無色透明溶液（コーティング剤A）を得た。

【0034】実施例1～3、比較例1～4

調製例1で得られたシリコーンコーティング剤Aを、表1に表す実施例1～3、比較例1～4の希釈剤を用いてシリコーン有効成分为3%になるように希釈した。

【0035】次に表面を清浄にしたSUSプレート（幅1070mm×長さ150mm×厚さ0.5mm）に前述の希釈液を流し塗りした後、室温で24時間乾燥硬化させた。なお、コー*

*ティングをしないプレートを参考例とした。得られたコーティング膜表面の動摩擦係数を下記条件で測定するとともに、コーティング膜表面状態を目視観察し、下記基準により評価した。結果を表1に示す。

【0036】動摩擦係数測定条件

接触先端部…SUS、荷重…80g、速度…20mm/min、温度…25°C、湿度…50%RH。

【0037】コーティング膜表面状態の評価基準

膜厚 ◎：均一、○：ほぼ均一、△：ややムラ有り、×：不均一。

【0038】

【表1】

例	希釈剤	動摩擦係数	表面状態
実施例1	ヘキサメチルジシロキサン	0.114	○
実施例2	オクタメチルシクロテトラシロキサン	0.118	○
実施例3	デカメチルシクロペンタシロキサン	0.120	○
比較例1	正ヘキサン	0.150	△
比較例2	フロン113	0.123	○
比較例3	塩化メチレン	0.125	○
比較例4	トルエン	*	×
参考例	（コーティング無し）	0.365	—

*：膜が不均一で、測定値のはらつきが大きく、正確な数値を測定できない。

【0039】

【発明の効果】本発明のシリコーンコーティング剤用希釈剤は、滑り性に優れ、かつ膜厚が均一で、乾きムラ、ハジキ現象のほとんどない硬化皮膜を形成し得るシリコーンコーティング剤を与える。さらに本発明のシリコーンコーティング剤用希釈剤は、地球環境に対する影響の少ないものである。従って本発明の希釈剤を用いてシリコーンコーティングすると、例えば金属製注射針の刺通時の痛感を大幅に減少することができる。またカッタ

※一、メス、はさみについては切削時の抵抗を低減して軽い力で良く切れるなどの効果を与えるものである。

30 【0040】本発明のシリコーンコーティング剤用希釈剤は、上述の注射針、カッター、メス、はさみ、カミソリ、ナイフなどのコートを始め、その他に食器のフォーク、裁縫針、ジッパー、ステープラー針、くし、カード、チケット、コインなどの滑り性等改善用のコート、さらにはピンコート、プラスチックコート、木材コートなどにも好ましく使用されるものである。